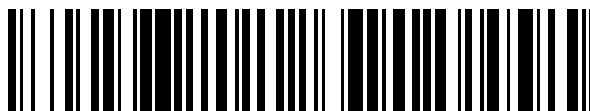


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 532 761**

51 Int. Cl.:

**C07C 263/10** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.06.2010 E 10723607 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.12.2014 EP 2445869**

54 Título: **Procedimiento de producción de isocianatos, preferentemente diisocianatos y poliisocianatos con recirculación de disolvente**

30 Prioridad:

**26.06.2009 US 220740 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**31.03.2015**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)  
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**SCHELLING, HEINER;  
PENZEL, ULRICH;  
STROEFER, ECKHARD;  
EIERMANN, MATTHIAS;  
SPEIER, JON S.;  
THIELE, KAI y  
BOCK, MICHAEL**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

**ES 2 532 761 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento de producción de isocianatos, preferentemente diisocianatos y poliisocianatos con recirculación de disolvente

5 La presente invención se refiere a un procedimiento de producción de isocianatos, preferentemente diisocianatos y poliisocianatos de la serie de difenilmetano (MDI), por reacción de amina disuelta preferentemente en un disolvente con fosgeno para formar los isocianatos correspondientes, posterior retirada del disolvente en al menos dos etapas para obtener al menos dos corrientes de disolvente, tratamiento individual de las al menos dos corrientes de disolvente, y recirculación de al menos una porción de las corrientes de disolvente.

10 En la literatura se describen diversos procedimientos para preparar isocianatos por reacción de aminas con fosgeno. Por lo general, una solución de la amina en un disolvente adecuado se hace reaccionar con una solución de fosgeno en el mismo disolvente. En la literatura se describen procedimientos para la producción de isocianatos orgánicos a partir de una amina primaria y fosgeno, por ejemplo en la Enciclopedia de Química Industrial de Ullmann, 5ª edición, volumen A19, páginas 390ff., VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim.

15 El documento de patente US-B 6.683.204 describe un procedimiento para la producción de mezclas de monoisocianatos y oligoisocianatos mediante fosgenación de las aminas correspondientes en las que se toma una cantidad catalítica de un monoisocianato en un disolvente inerte como una carga inicial con fosgeno. La amina, normalmente disuelta en disolvente, se añade y la mezcla de reacción obtenida se hace reaccionar con fosgeno. Después de una etapa de reacción posterior, el exceso de fosgeno y disolvente por lo general se retiran por extracción a temperaturas de 30 a 80 °C, se condensan en un condensador y se devuelven en conjunto al reactor posterior. Sin embargo, no se puede obtener ninguna enseñanza sobre la pureza necesaria del disolvente a partir de la enseñanza de dicho documento.

25 El documento de patente US-B 6.576.788 describe un procedimiento para producir mezclas de diisocianatos de difenilmetano y de poliisocianatos polifenil-polimetileno (denominado MDI polimérico) mediante una reacción en dos etapas de una mezcla de las aminas correspondientes con fosgeno en presencia de un disolvente, manteniendo relaciones seleccionadas de fosgeno y cloruro de hidrógeno en la segunda etapa del proceso. Después de la reacción en dos etapas de la amina con fosgeno en el disolvente, el exceso de fosgeno, el cloruro de hidrógeno y el disolvente se retiran por separación del producto de reacción (MDI) por destilación. De nuevo, no se puede obtener ninguna enseñanza sobre la pureza necesaria del disolvente en circulación.

30 Aunque normalmente no se menciona de forma específica en la bibliografía de la técnica anterior, por lo general se sabe que se puede recircular el disolvente que sea retirado por destilación para la producción de la solución de amina y fosgeno. La recirculación del disolvente que se ha usado en la síntesis de diisocianato puede ser problemática por razones tecnológicas de seguridad. Si entra agua en el sistema a través de, por ejemplo, un agujero en el tubo de reacción que fue causado o creado por la corrosión, el agua reacciona con el fosgeno usado como un educto en la síntesis de isocianato. Tal reacción entre agua y fosgeno conduce a la formación de ácido clorhídrico, y éste (es decir, el ácido clorhídrico) a su vez puede causar problemas adicionales de corrosión en las plantas.

35 En consecuencia, es un objeto de la invención proporcionar un procedimiento para la preparación de isocianatos usando recirculación de disolvente, en el que se minimizan las cantidades de impurezas de agua en el disolvente usado en el procedimiento. Es un objeto adicional de la invención minimizar los efectos de corrosión en las plantas usadas para la preparación de isocianatos.

Los inventores han encontrado que este objeto se consigue con un procedimiento para la preparación continua de isocianatos que comprende

- 45 (a) preparar una solución de reacción que contiene isocianato y disolvente por reacción de una amina con fosgeno usando un disolvente,  
 (b) separar el isocianato en bruto de la solución de reacción que contiene isocianato y disolvente a una presión  $\geq$  presión ambiental, preferentemente una presión de 1 a 3 bar abs., más preferentemente de 1 a 2 bar abs. para obtener una corriente de isocianato en bruto y una primera corriente de disolvente,  
 (c) reciclar al menos una porción de la primera corriente de disolvente en la etapa de preparación (a),  
 50 (d) separar la corriente de isocianato en bruto para obtener una corriente de isocianato purificado y una segunda corriente de disolvente a una presión  $\leq$  presión ambiental, preferentemente a una presión de 0,005 bar abs. a 0,9 bar,  
 (e) opcionalmente purificar al menos una porción de la segunda corriente de disolvente para obtener una segunda corriente de disolvente purificado que tiene un contenido de agua  $\leq$  100 ppm, preferentemente  $\leq$  50 ppm, de forma más particularmente preferente  $\leq$  20 ppm, en base al peso de la segunda corriente de disolvente purificado, y  
 55 (f) reciclar al menos una porción de la segunda corriente de disolvente purificado en la etapa de preparación (a).

Los inventores encontraron que las impurezas de agua en la segunda corriente de disolvente que tienen su origen en fugas de intercambiadores de calor, juntas, bridas, dispositivos de vacío y similares en una cantidad  $\geq$  100 ppm,

preferentemente  $\geq 50$  ppm, de forma más particularmente preferente  $\geq 20$  ppm pueden causar problemas de corrosión en la instalación cuando esta corriente se recircula sin purificación adicional, es decir sin retirada de agua.

De acuerdo con una realización de la invención, la solución de reacción que contiene isocianato y disolvente se prepara en la etapa (a) en la fase líquida que comprende

- 5 (aa) producir una solución de una amina en un disolvente,  
 (ab) proporcionar fosgeno, opcionalmente como solución en el mismo disolvente usado para producir la solución de amina,  
 (ac) combinar la solución de amina y el fosgeno, y  
 10 (aa) hacer reaccionar la amina en solución con el fosgeno en solución para formar la solución de reacción que contiene isocianato y disolvente.

De acuerdo con una realización adicional de la invención, la solución de reacción que contiene isocianato y disolvente se prepara en la etapa (a) en la fase gaseosa que comprende

- 15 (aa') calentar separadamente fosgeno y la amina en forma de vapor, a una temperatura de 200 °C a 600 °C y hacer reaccionar continuamente fosgeno con dicha amina en una cámara de reacción,  
 (ab') hacer pasar la mezcla gaseosa que abandona continuamente la cámara de reacción a través de un disolvente para obtener la solución de reacción que contiene isocianato y disolvente.

De acuerdo con una realización de la invención, en la etapa (e) se determinan posibles impurezas de agua en la segunda corriente de disolvente y al menos una porción de esta corriente se purifica para obtener la segunda corriente de disolvente purificado que tiene un contenido de agua  $\leq 100$  ppm, preferentemente  $\leq 50$  ppm, de forma más particularmente preferente  $\leq 20$  ppm, en base al peso de la segunda corriente de disolvente purificado. Después de esto, al menos una porción de esta segunda corriente de disolvente purificado se recicla en la etapa (a), respectivamente en la etapa (aa) y/o en la etapa (ab) o en la etapa (ab').

De acuerdo con la invención, se proporciona un procedimiento para la preparación continua de isocianatos, en el que el disolvente a reciclar se retira por separación de la solución de reacción que contiene isocianato en al menos dos etapas. En la primera etapa del procedimiento, la etapa (b), una primera corriente de disolvente se retira por separación de la solución de reacción en una columna de destilación, una columna de rectificación, una columna de vaporización, un tanque de cristalización, una columna de extracción o en combinaciones de las mismas a una presión  $\geq$  presión ambiental y se obtiene la primera corriente de disolvente. Esta primera corriente de disolvente normalmente contiene de aproximadamente un 90 a aproximadamente un 99,5 % en peso del disolvente a reciclar y de aproximadamente un 0,5 a un 10 % en peso de calentadores denominados ligeros tales como HCl, fosgeno y tetraclorometano. Dado que la etapa (b) el procedimiento de la invención se realiza a una presión  $\geq$  presión ambiental, la fuga de aire no entrará en el sistema, y el contenido de impurezas de agua en dicha primera corriente de disolvente es normalmente  $< 100$  ppm. Por lo tanto, esta primera corriente de disolvente normalmente se puede recircular sin retirada adicional de las trazas mínimas de agua.

De acuerdo con una realización preferente adicional de la invención, la cantidad de impurezas de agua en la primera corriente de disolvente se controla por medio de un dispositivo de detección de la corrosión, tal como se desvela en el documento DD 139 955 y/o un espectrómetro de masas y/o un sistema de cromatografía que tiene un detector de la conductividad térmica (TCD), y, si el contenido de agua es superior a 100 ppm, la primera corriente de disolvente se purifica por medio de una columna de destilación, una columna de rectificación, una columna de vaporización, un tanque de cristalización, una columna de extracción o combinaciones de las mismas para obtener una primera corriente de disolvente purificado que tiene un contenido de disolvente polar  $\leq 100$  ppm, preferentemente  $\leq 50$  ppm, de forma más particularmente preferente  $\leq 20$  ppm, en base al peso de la primera corriente de disolvente purificado. Esta primera corriente de disolvente opcionalmente purificado se recicla en la etapa (a), respectivamente en la etapa (aa) y/o en la etapa (ab) o en la etapa (ab') del procedimiento de la invención.

En la etapa (d) del procedimiento de la invención, la corriente de isocianato en bruto que normalmente tiene un contenido de isocianato de aproximadamente un 20 a un 75 % en peso y un contenido de disolvente de aproximadamente un 25 a un 78 % en peso se separa en una columna de destilación, una columna de rectificación, una columna de vaporización, un tanque de cristalización, una columna de extracción o en combinaciones de las mismas a una presión  $\leq$  presión ambiental, y se obtiene una segunda corriente de disolvente y una corriente de isocianato. El contenido de disolvente de la segunda corriente de disolvente es normalmente  $\geq 98$  % en peso. Como no se puede evitar que la fuga de aire entre en el equipo de vacío usado en la etapa (d) y cause condensación de agua en el disolvente, la segunda corriente de disolvente contiene una cantidad considerable de agua, normalmente  $> 100$  ppm, en base al peso de la segunda corriente de disolvente purificado. Por lo tanto, de acuerdo con una realización preferente de la invención, el contenido de agua en la segunda corriente de disolvente se controla por medio de un dispositivo para la detección de la corrosión, tal como se desvela en el documento DD 139 955 y/o un espectrómetro de masas y/o un sistema de cromatografía que tiene un detector de la conductividad térmica (TCD), y si la cantidad es superior a nivel de umbral  $> 100$  ppm, en base al peso de la segunda corriente de disolvente, al menos una porción de la segunda corriente de disolvente se purifica para obtener una segunda corriente de disolvente purificado que tiene un contenido de disolvente polar  $\leq 100$  ppm, preferentemente  $\leq 50$  ppm, de forma

más particularmente preferente  $\leq 20$  ppm, en base al peso de la segunda corriente de disolvente purificado. Esta segunda corriente de disolvente purificado se recicla en la etapa (a), respectivamente en la etapa (aa) y/o en la etapa (ab) o en la etapa (ab') del procedimiento de la invención.

5 De acuerdo con una realización de la invención las corrientes de disolvente a reciclar se controlan individualmente y si el contenido de agua en la corriente de disolvente es superior al nivel de umbral definido de 100 ppm, las corrientes se purifican individualmente. De forma ventajosa, este procedimiento permite la regeneración las realimentaciones de disolvente en un equipo separado, y minimizar la aparición de corrosión. Dado que la primera corriente de disolvente está libre de agua, el ácido clorhídrico contenido en esta corriente no se puede hidrolizar y causa problemas de corrosión en tuberías y aparatos usados para guiar y purificar opcionalmente esta corriente. 10 Debido posibles fugas en los dispositivos o aparatos de vacío usados en la etapa (d) del procedimiento de la invención, la segunda corriente de disolvente puede contener una determinada cantidad de agua que reacciona con el fosgeno cuando esta corriente de disolvente se recicla en una etapa (a). Dado que el contenido de agua en esta corriente de disolvente se controla permanentemente, y se ajusta por debajo del nivel de umbral de 100 ppm, se puede reciclar en la etapa (a) sin causar problemas de corrosión y conducir a la formación detectable de productos secundarios no deseados. 15

Como aminas, en principios posible usar todas las aminas primarias que son capaces de reaccionar de una forma apropiada con fosgeno para formar isocianatos. En principio son adecuadas todas las monoaminas o poliaminas primarias lineales o ramificadas, alifáticas o cicloalifáticas saturadas o insaturadas o aromáticas que pueden reaccionar con fosgeno para formar isocianatos. Ejemplos de aminas adecuadas son 1,3-propilendiamina, 1,4-butilendiamina, 1,5-pentametilendiamina, 1,6-hexametilendiamina y los homólogos superiores correspondientes de estas series, isoforondiamina (IPDA), ciclohexilendiamina, ciclohexilamina, anilina, fenilendiamina, p-toluidina, 1,5-naftilendiamina, 2,4- o 2,6-toluendiamina o mezclas de las mismas, 4,4'-, 2,4'- o 2,2'-difenilmetanodiamina o mezclas de las mismas, y también derivados isoméricos, oligoméricos y poliméricos de peso molecular más elevado de las aminas y poliaminas que se han mencionado anteriormente. 20

25 En una realización preferente de la presente invención, las aminas usadas son las difenilmetanodiaminas (MDA) isoméricas primarias o sus derivados oligoméricos o poliméricos, es decir, las aminas de la serie de la difenilmetanodiamina. La difenilmetanodiamina y sus oligómeros o polímeros se obtienen, por ejemplo, por condensación de anilina con formaldehído. Tales oligoaminas o poliaminas o mezclas de las mismas también se usan en una realización preferente de la invención. Las aminas preferentes adicionales son hexametilendiamina, toluendiamina e isoforondiamina. 30

Las aminas más preferentes para el procedimiento de la presente invención son las diaminas y las poliaminas de una serie de difenilmetano (MDA, aminas monoméricas, oligoméricas y poliméricas), mezclas técnicas de 2,4- y 2,6-diaminotolueno (TDA, toluendiaminas) en una relación de peso de 80 a 20, isoforondiamina y hexametilendiamina.

35 La reacción de fosgeno con las aminas mencionadas anteriormente se puede realizar de forma continua o discontinua en una o más etapas. La fosgenación produce los isocianatos correspondientes, es decir diisocianato de difenilmetano (MDI, isocianatos monoméricos, oligoméricos y poliméricos), diisocianato de tolueno (TDI), diisocianato de hexametileno (HDI) y de diisocianato isoforona (IPDI). El procedimiento que la presente invención se usa lo más preferentemente para la producción de los diisocianatos y poliisocianatos de una serie de difenilmetano (MDI) y diisocianato de tolueno (TDI).

40 La preparación de isocianatos que se está produciendo en la etapa (a) en el procedimiento de la presente invención se realiza de una manera conocida por los expertos una materia haciendo reaccionar una amina o una mezcla de dos o más aminas con una cantidad superestequiométrica de fosgeno en la fase líquida o en la fase gaseosa. En principio es posible usar todos los procedimientos en los que una amina primaria o una mezcla de dos o más aminas primarias que tienen uno o más grupos amino primario se hace reaccionar con fosgeno para formar uno o más isocianatos que tienen uno o más grupos isocianato. 45

50 Todos los disolventes adecuados para el uso en la preparación de isocianatos se pueden usar como disolvente. Éstos son preferentemente hidrocarburos aromáticos, alifáticos o alicíclicos inertes o sus derivados halogenados. Los ejemplos de tales disolventes son compuestos aromáticos tales como monoclorobenceno o diclorobenceno, por ejemplo o-diclorobenceno, tolueno, xilenos, derivados de naftaleno tales como tetralina o decalina, alcanos que tienen de aproximadamente 5 a aproximadamente 12 átomos de carbono, por ejemplo hexano, heptano, octano, nonano o decano, cicloalcanos tales como ciclohexano, ésteres y éteres inertes en gran medida tales como acetato de etilo o acetato de butilo, tetrahidrofurano, ésteres de ftalato, dioxano o difenil éter

55 De acuerdo con una realización de la invención, la reacción de la solución de amina con la solución de fosgeno (etapa (ad)) se produce por lo general a temperaturas de 20 a 240 °C y a presiones absolutas de 1 bar a 50 bar. Se puede realizar en una o más etapas, con el fosgeno siendo usado por lo general en un exceso estequiométrico. En la etapa (ac) la solución de amina y la solución de fosgeno se combinan, preferentemente usando elementos de mezcla estática o elementos de mezcla dinámica especial, y a continuación se pasan a través de una o más zonas de reacción en las que la mezcla reacciona para formar el isocianato deseado.

La etapa de separación opcional de fosgeno y cloruro de hidrógeno residual de la solución de reacción que contiene isocianato y disolvente en la etapa (ba) se realiza preferentemente de modo tal que se obtiene una solución de isocianato en bruto desfosgenado con un contenido de fosgeno residual < 100 ppm, preferentemente < 10 ppm, en base al peso de la solución de isocianato en bruto.

5 De acuerdo con una realización preferente de la invención, la separación de la solución de isocianato en bruto por destilación se produce de una manera adaptada a los puntos de ebullición respectivos de disolvente e isocianato en una destilación en secuencia de destilación de múltiples etapas. Las secuencias de este tipo se conocen a partir de la técnica anterior y se describen, por ejemplo, para TDI en el documento EP-A 1371633 y en el documento EP-A 1371634.

10 De acuerdo con el caso preferente de la producción de MDI usando monoclorobenceno como el disolvente, la separación por destilación se puede producir de forma ventajosa de una manera tal que la solución de isocianato en bruto se prepara en dos etapas en un producto final que contiene al menos un 95 % en peso, lo más preferentemente al menos un 97 % en peso de isocianato, en base al peso de la corriente que contiene isocianato, que a continuación se libera preferentemente de materiales de bajo punto de ebullición en etapas adicionales. En la  
15 primera etapa, de un 60 a un 90 % del disolvente contenido en la solución de isocianato en bruto se retira por separación preferentemente por destilación en presiones absolutas superiores a 1400 mbar y la temperatura final es de 110 a 170 °C, generándose los vapores en una columna de destilación con 5 a 20 etapas de separación y un reflujo de un 10 a un 30 %, de modo que se obtiene una corriente que contiene disolvente con un contenido de agua <100 ppm, preferentemente < 50 ppm, lo más preferentemente < 10 ppm, en base al peso de la corriente que  
20 contiene disolvente. Ésta denominada primera corriente de disolvente se puede volver a recircular en la etapa (a).

En la segunda etapa de purificación, del disolvente residual se retira por separación hasta un contenido residual de un 1 a un 3 % en peso en el producto final a presiones absolutas de 60 a 1400 mbar y a temperaturas finales de 130 a 190 °C. Los vapores también se pueden generar en una columna de destilación con 5 a 20 etapas de separación y un reflujo de un 10 a un 40 %, de modo que se obtiene una segunda corriente que contiene disolvente que tiene un  
25 determinado contenido de agua. El contenido de agua en la segunda corriente de disolvente se controla tal como se ha descrito anteriormente y si la cantidad es superior a nivel de umbral > 100 ppm, en base al peso de la segunda corriente de disolvente, al menos una porción de la segunda corriente de disolvente se purifica para obtener una segunda corriente de disolvente purificado que tiene un contenido de disolvente polar < 100 ppm, en base al peso de la segunda corriente de disolvente, antes de que esta corriente se recicle en la etapa (a).

30 El procedimiento de la presente invención se explica con más detalle a continuación con referencia a las figuras a modo de ejemplo.

En la figura 1 se ilustra de forma esquemática un ejemplo del procedimiento de la presente invención.

### Ejemplo 1

35 La figura muestra una primera y una segunda columnas de destilación **1, 3** que están equipadas con un calderín **5, 7** y un condensador **9, 11**. La segunda columna de destilación **3** está equipada con una bomba de vacío **13**. El calderín puede ser cualquiera de los tipos convencionales que se encuentran habitualmente en la industria química, incluyendo, evaporadores de película descendente en parte, evaporadores de circulación forzada, evaporadores de ebullición (caldera) combinada, evaporadores de circulación natural, etc. El condensador puede ser cualquiera de los tipos de uso habitual en la industria química, incluyendo condensadores de co-corriente y contra-corriente (bloqueo).  
40 La columna puede estar equipada con cualquier agente interno de transferencia de masa que son de uso habitual en la industria química. Éstos incluyen, en parte, bandejas de tamiz, bandejas de válvula, bandejas de válvula fija, así como embalaje de destilación estructurado o aleatorio.

La fosgenación se realiza de acuerdo con el estado de la técnica. La amina se hace reaccionar con fosgeno preferentemente en la fase líquida en presencia de una solución de disolvente en la fase líquida o con fosgeno  
45 directamente en la fase gaseosa con un disolvente usado en el enfriamiento de inactivación de dicha reacción.

El exceso de fosgeno, cloruro de hidrógeno y compuestos de cloruro hidrolizables tales como tetraclorometano se eliminan al menos en parte con procedimientos conocidos en la técnica.

La alimentación de destilación en bruto resultante **15** comprende de un 20 % a un 80 % en peso del disolvente y de un 20 a un 60 % en peso de los calentadores ligeros de isocianato tales como HCl, fosgeno y tetraclorometano en  
50 cantidades inferiores a un 0,5 % en peso.

La alimentación de destilación en bruto **15** se alimenta a una primera columna de destilación **1** que funciona a una presión absoluta < 1,4 bar y a una temperatura inferior de 100 °C a 180 °C. La primera corriente de disolvente **17** se retira por separación de la corriente destilación en bruto **15** en esta primera columna **1**. La primera corriente de disolvente **17** comprende > 95 % en peso de disolvente y < 5 % en peso de HCl, fosgeno y tetraclorometano. Dado que la presión en la primera columna de destilación es > 1,0 bar abs. la pérdida de aire y agua no entrará en esta  
55 columna. Por lo tanto, la corriente que contiene disolvente **17** está virtualmente libre de trazas de agua u otros disolventes prácticos polares y se puede reciclar sin purificación adicional.

5 La corriente que contiene isocianato **19** que comprende de un 25 a un 90 % en peso de isocianatos y de un 10 a un 75 % en peso de disolvente se alimenta en una segunda columna de destilación **3**. La segunda columna de destilación **3** funciona a una presión absoluta de 60 a 900 mbar y a una temperatura final de 130 a 180 °C. En la segunda columna de destilación **3** la corriente de isocianato purificado (libre de disolvente) **21** se obtiene como producto final y la segunda corriente de disolvente **23** se obtiene como un producto líquido aéreo. Dado que la segunda columna de destilación **3** funciona a una presión absoluta de 60 a 900 mbar, una presión inferior a la presión ambiental, la segunda corriente de disolvente **23** puede contener trazas de agua provocado por la pérdida de aire. En consecuencia, la primera corriente de disolvente **17** y la segunda corriente de disolvente **23** se tratan de forma separada antes de reciclar al menos una porción de la primera o segunda corriente del disolvente.

10

## REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de preparación continua de isocianatos que comprende
  - (a) preparar una solución de reacción que contiene isocianato y disolvente haciendo reaccionar una amina con fosgeno usando un disolvente,
  - 5 (b) separar el isocianato en bruto de la solución de reacción que contiene isocianato y disolvente a una presión  $\geq$  presión ambiental para obtener una corriente de isocianato en bruto y una primera corriente de disolvente,
  - (c) reciclar al menos una porción de la primera corriente de disolvente en la etapa (a),
  - (d) separar la corriente de isocianato en bruto para obtener una corriente de isocianato purificado y una segunda corriente de disolvente a una presión  $\leq$  presión ambiental,
  - 10 (e) opcionalmente, purificar al menos una porción de la segunda corriente de disolvente para obtener una segunda corriente de disolvente purificado que tiene un contenido de agua  $\leq$  100 ppm, en base al peso de la segunda corriente de disolvente purificado, y
  - (f) reciclar al menos una porción de la segunda corriente de disolvente purificado en la etapa (a).
2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la etapa (b) es realizada a una presión de 1 a 3 bar abs.
3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que la etapa (d) se realiza a una presión de 0,005 a 0,9 bar abs.
4. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la solución de reacción que contiene isocianato y disolvente es preparada en la fase líquida, mediante lo siguiente
  - (aa) produciendo una solución de una amina en un disolvente,
  - (ab) proporcionando fosgeno, opcionalmente como solución en el mismo disolvente usado para producir la solución de amina,
  - (ac) combinando la solución de amina y el fosgeno, y
  - 20 (aa) haciendo reaccionar la amina en solución con el fosgeno en solución para formar la solución de reacción que contiene isocianato y disolvente.
5. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la solución de reacción que contiene isocianato y disolvente es preparada en la fase gaseosa, mediante lo siguiente
  - (aa') calentando separadamente fosgeno y la amina en forma de vapor, a una temperatura de 200 °C a 600 °C y haciendo reaccionar continuamente fosgeno con dicha amina en una cámara de reacción,
  - 30 (ab') haciendo pasar la mezcla gaseosa que abandona continuamente la cámara de reacción a través de un disolvente para obtener la solución de reacción que contiene isocianato y disolvente.
6. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que en la etapa (e) son determinadas impurezas de agua en la segunda corriente de disolvente y al menos una porción de esta corriente es purificada para obtener la segunda corriente de disolvente purificado que tiene un contenido de agua  $<$  100 ppm, en base al peso de la segunda corriente de disolvente purificado.
7. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que las impurezas de agua en la segunda corriente de disolvente son determinadas por medio de un dispositivo para la detección de la corrosión y/o un espectrómetro de masas y/o un sistema de cromatografía que tiene un detector de la conductividad térmica (TCD).
8. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, que comprende adicionalmente la etapa (ba), en el que cloruro de hidrógeno y el fosgeno en exceso son separados de la solución de reacción que contiene isocianato y disolvente antes de la etapa (b).
9. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la etapa (e) es realizada en una columna de destilación, una columna de rectificación, una columna de vaporización, un tanque de cristalización, una columna de extracción o en combinaciones de las mismas.
10. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que el disolvente es clorobenceno, diclorobenceno y/o tolueno.
11. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que la amina es seleccionada entre una diamina y/o poliamina de la serie de difenilmetano, una mezcla de 2,4- y 2,6-diaminotolueno en una relación de peso de 80 a 20, hexametilendiamina y/o isoforondiamina.

Fig. 1

